

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 103 08 198.4

**Anmeldetag:** 25. Februar 2003

**Anmelder/Inhaber:** Miele & Cie. KG, 33332 Gütersloh/DE  
vormals: Miele & Cie GmbH & Co.

**Bezeichnung:** Verfahren und System zur Bestimmung der Oberflächenspannung nach der Blasendruckmethode

**IPC:** G 01 N 13/02

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 18. Februar 2004  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

## Beschreibung

Verfahren und System zur Bestimmung der Oberflächenspannung nach der Blasendruckmethode

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Oberflächenspannung einer in einem Behälter befindlichen Lösung, insbesondere einer Tensidlösung, nach der Blasendruckmethode, mit einer Kapillare zur Einleitung eines gasförmigen Volumenstroms in die Lösung und einem Drucksensor zur Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs dieses Volumenstroms während der Blasenbildung. Außerdem betrifft die Erfindung ein System zur Durchführung eines solchen Verfahrens.

Ein Verfahren bzw. ein System dieser Art ist beispielsweise aus der DE 100 22 863 A1 bekannt.

Die Messung der dynamischen Oberflächenspannung nach der Blasendruckmethode basiert auf der Abhängigkeit der Oberflächenspannung vom Druck bei der Bildung gekrümmter Oberflächen. Aus der DE 41 12 417 A1 und aus der DE 195 29 787 A1 ist es beispielsweise bekannt, die Waschmittelkonzentration eines Waschmittel-Wasser-Gemischs (Waschflüssigkeit, beispielsweise im Laugenbehälter einer Waschmaschine) durch eine Messung der Oberflächenspannung zu ermitteln. Der Vorteil der Blasendruckmethode ist dabei, dass die Oberflächenspannung an verschiedenen alten Oberflächen (dynamisch) bestimmt werden kann. Je langsamer eine Blase erzeugt wird, umso mehr Zeit haben Tenside, sich an die Oberfläche zu begeben und die Oberflächenspannung herabzusetzen. Diese Geschwindigkeit der Tenside wird bei dieser Methode mit erfasst (s. DE 100 29 505 A1).

Bei der Blasendruckmethode wird an einer Kapillare über einen kontinuierlich anliegenden Luftstrom eine Blase in der Waschflüssigkeit erzeugt. Die Druckdifferenz der sich bildenden und abreißen Blase ist dann proportional zur Oberflächenspannung. Zur Erzeugung der Blasen wird durch ein enges Kapillarröhrchen ein gasförmiges Medium, i. A. Luft, in die zu sensierende Waschflüssigkeit gebracht. Wird dieses Kapillarröhrchen direkt im Laugenbehälter angeordnet, so besteht die Gefahr, dass die Kapillaröffnung nach einiger Zeit durch Schmutzpartikel verstopft wird. Dieses Problem wird vergrößert, wenn die Gasblasen mit einer Pumpe erzeugt werden und diese nach dem Messvorgang bei gefülltem Laugenbehälter ausgeschaltet wird. Dann läuft Flüssigkeit in die Kapillare und läuft weiter in den Schlauch, an dem die Kapillare angeschlossen ist. Falls sich in diesem Schlauch eine Kalk- oder Schmutzschicht bildet und sich später löst, werden von der Pumpe die gelösten Teilchen in die Kapillare geblasen und die Kapillare wird verstopft. Um das zu verhindern, wird in der DE 100 25 430 A1 vorgeschlagen, bei einer Waschmaschine die Kapillare zur Messung der Oberflächenspannung in einem Gefäß in der Laugenbehälterwand unterzubringen, das durch Schöpfleinrichtungen an der

Waschtrommel gefüllt wird. Außerdem sollte es durch zulaufendes Wasser regelmäßig gereinigt werden. Zum Leeren des Gefäßes wird die Unwucht beim Schleudern verwendet. Nachteilig dabei ist, dass das Leeren des Gefäßes durch die Unwucht nicht definiert möglich ist, da mal mehr, mal weniger Unwucht beim Schleudern auftritt. Außerdem ist es nötig, eine Schöpf-  
 5 richtung an der Waschtrommel anzubringen, was aus Platzgründen nicht einfach zu realisieren ist.

Aus der DE 100 22 863 A1 ist es bekannt, die Kapillare in eine Messkammer einmünden zu lassen, in der durch Unterdruck eine über die Mündungshöhe der Kapillare ansteigende Flüssigkeitssäule erzeugbar ist. Hierdurch wird sichergestellt, dass die Gasströmung in der  
 10 Kapillare immer in Richtung der flüssigkeitsgefüllten Messkammer verläuft. Damit sollte die Verstopfungsgefahr gering sein, durch die Kapillarwirkung und durch Abkühlung bedingten Unterdruck in der Messkammer werden trotzdem geringe Flüssigkeitsmengen in die Kapillare  
 15 gesaugt. Bereits geringe Flüssigkeitsmengen führen zur Ausbildung weiterer Luft-Flüssigkeits-Grenzschichten innerhalb der Messkammer und stören die Messung. Nun würde durch eine Reinigungsmaßnahme (Durchstechen, aus der DE 195 29 787 A1 bekannt) zwar erreicht, dass die Geometrie der Öffnung erhalten bleibt und diese nicht zuwächst. Auch hierdurch kann aber ein Eindringen von Flüssigkeit in die Messkammer nicht verhindert werden.

Aus der DE 196 53 752 A1 ist ein Verfahren und eine Einrichtung zur Reinigung von Prozess-  
 20 messzellen mit Kapillaren bekannt, bei dem eine kombinierte Anwendung von Ultraschall in Verbindung mit einem Reinigungsgas- und Flüssigkeitsstrom erfolgt. Für eine breite Anwendung in Geräten der Haushaltstechnik wie Waschmaschinen und Geschirrspülern ist eine solche Einrichtung zu teuer.

Der Erfindung stellt sich somit das Problem, ein Verfahren bzw. ein System zur Bestimmung der  
 25 Oberflächenspannung der eingangs genannten Art zu offenbaren, bei dem eine Verschmutzung der Kapillare sicher und mit geringem Aufwand verhindert wird.

Erfindungsgemäß wird dieses Problem durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Patent-  
 anspruchs 1 bzw. durch ein System mit den Merkmalen des Patentanspruchs 2 gelöst. Vorteil-  
 hafte Ausgestaltungen und Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Systems ergeben sich aus  
 den nachfolgenden Unteransprüchen.

30 Die mit der Erfindung erreichbaren Vorteile bestehen darin, dass Verschmutzungen an der Kapillare nicht nachträglich beseitigt, sondern dass bereits ihre Entstehung verhindert wird.

In einer zweckmäßigen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Systems erfolgt eine  
 Betätigung der Verschlusseinrichtung durch eine Steuereinrichtung, welche in Verbindung mit

der Auswerteschaltung zur Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs des Volumenstroms steht.

Bei einer vorteilhaften Ausführungsform des Systems ist die Länge der Kapillare höchstens so groß wie ihr Durchmesser. Hierdurch wird erreicht, dass auch bei einer durch Ablagerung stark benetzbaren Kapillarwand die Anfangskrümmung der Blase hinreichend gering für ein sicheres Detektieren des Zeitpunkts des Druckminimums ist.

Es ist vorteilhaft, wenn die Kapillare eine erste Mündungsöffnung besitzt, die zur Lösung hin gerichtet ist und eine zweite Öffnung, die in eine Messkammer mündet, und wenn die Verschlusseinrichtung eine Reinigungsnadel besitzt, welche von der Messkammer her in die zweite Öffnung fahrbar ist. Hierdurch erfolgt eine zusätzliche Reinigung von Ablagerungen, die sich trotz des Verschließens der Kapillare an der Kapillar-Innenwand abgesetzt haben. Insbesondere ist es bei einem solchen System vorteilhaft, wenn die Reinigungsnadel von einer Dichtung umgeben ist, welche in der Verriegelungsstellung der Verschlusseinrichtung an der Wand der Messkammer anliegt, in welche die Kapillare mündet. Hierdurch wird die Kapillare sicher verschlossen. In zweckmäßigen Ausführungsformen kann die Verschlusseinrichtung auf einfache Weise pneumatisch oder elektromagnetisch bewegt werden.

Bei einer alternativen Ausführungsform des Systems ist die Kapillare als in einer ersten Keramikscheibe angeordnete Bohrung ausgebildet und die Verschlusseinrichtung beinhaltet eine zweite Keramikscheibe mit einer Öffnung, wobei die Öffnung in der Messstellung der Verschlusseinrichtung vor die Kapillare verfahrbar ist. Durch die Keramikscheiben können extrem hohe Dichtwirkungen erzielt werden, wie sie aus dem Sanitärbereich bekannt sind. In einer zweckmäßigen Ausführungsform ist die zweite Keramikscheibe auf der zur Lösung gerichteten Seite der Kapillare angeordnet. Es ist außerdem vorteilhaft, wenn die Kapillare durch einen in die der Lösung gegenüberliegende Öffnung einfühbares Reinigungselement gereinigt und zusätzlich verschlossen wird. Es ist außerdem zweckmäßig, die zweite Keramikscheibe und oder das Reinigungselement elektromotorisch, elektromagnetisch, durch einen Piezoaktuator oder ein Memorymetall zu bewegen.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in den Zeichnungen rein schematisch dargestellt und wird nachfolgend näher beschrieben. Es zeigen

- Figur 1a,b die Kapillareinheit eines Systems zur Bestimmung der Oberflächenspannung mit Verschlusseinrichtung (2) in Verriegelungsstellung (Fig. 1a) und Messstellung (Fig. 1b);
- Figur 2 das Prinzipschaltbild eines Systems zur Bestimmung der Oberflächenspannung mit pneumatisch bewegter Verschlusseinrichtung (2) unter Verwendung von zwei Pumpen (209, 210);

- Figur 3 das Prinzipschaltbild eines Systems zur Bestimmung der Oberflächenspannung mit elektromagnetisch bewegter Verschlusseinrichtung (2);
- Figur 4 das Prinzipschaltbild eines Systems zur Bestimmung der Oberflächenspannung mit pneumatisch bewegter Verschlusseinrichtung unter Verwendung von einer Pumpe (407) und einer Ventilsteuerung;
- Figur 5 einen Schnitt durch eine Kapillareinheit aus keramischen Scheiben.

Die Figuren 1a und 1b zeigen den allgemeinen Aufbau einer Kapillareinheit mit Verschlusseinrichtung (2) im Schnitt. Diese Einheit wird in dem System gemäß Figur 2 eingesetzt. Die in den Figuren 3 und 4 dargestellten Systeme unterscheiden sich von dem System nach Figur 2 hinsichtlich der Betätigung der Verschlusseinrichtung (2), aus diesem Grund sind jeweils an der Verschlusseinrichtung (2) geringfügige Modifikationen notwendig. In den Ausführungsbeispielen sind die Systeme jeweils Bestandteil einer Waschmaschine und dienen zur Bestimmung der Oberflächenspannung von Waschlauge (3) im Laugenbehälter dieser Maschine.

Das System beinhaltet eine Kammer (1), die bis auf die Kapillare und eine oder mehrere Einlassöffnungen geschlossen ist. Die Waschlauge (3) steht vor der linken Kammerwand (12). In dieser Kammerwand (12) befindet sich eine zylindrische Sacklochbohrung (13) mit einem Durchmesser  $D$ , die kegelig ausläuft. Ihre Wände sind durch schmale Kanäle (14) erweitert, deren Funktion später erklärt wird. Von der Spitze der Sacklochbohrung (13) geht eine Durchgangsbohrung mit geringerem Durchmesser  $d$  durch die Kammerwand, diese bildet die eigentliche Kapillare (11). Die Kapillare (11) kann somit als kurze Röhre betrachtet werden, die eine erste Mündung besitzt, die zur Waschlauge (3) hin gerichtet ist und eine zweite Mündung, die zur Kammer (2) gerichtet ist. Die Tiefe der Sacklochbohrung (13) ist derart dimensioniert, dass die Länge der Kapillare (11) kleiner als ihr Durchmesser  $d$  ist.

In der Kammer (1) ist eine Verschlusseinrichtung (2) angeordnet. Diese besitzt einen tellerförmigen Grundkörper (21), der an der Kammerwand in axialer Richtung beweglich aufgehängt ist. Je nach Betätigungsvorrichtung ist die Aufhängung als Membran (22) (bei pneumatischem Antrieb) oder als Führung (bei elektromagnetischem Antrieb, nicht dargestellt) ausgebildet. Auf der der Kapillare (11) zugewandten Seite besitzt der Grundkörper (21) einen angeformten Stößel (23). Dieser ist zylindrisch ausgebildet und vom Durchmesser derart dimensioniert, dass er mit geringem Spiel in der Sacklochbohrung (13) geführt werden kann. Die Spitze des Stößels (23) geht von einem konischen Teil (24) in eine Reinigungsnadel (25) über, wobei letztere etwa den Durchmesser  $d$  der Kapillare (11) besitzt. Der konische Teil (24) trägt eine Dichtung (26), die in der Verriegelungsstellung an der kegelförmigen Fläche (15) der Sacklochbohrung (13) anliegt und so die Kapillare (11) luft- und flüssigkeitsdicht verschließt. Die Rückseite des Grundkörpers (21) geht in einen zylindrischen Ansatz (27) über, der in einer Bohrung (16) in der hinteren Kammerwand (17) geführt ist. Der Ansatz (27) ist von einer

Schraubenfeder (28) umgeben, die sich auf der einen Seite am Grundkörper (21) und auf der anderen Seite an der Kammerwand (17) abstützt. Zusätzlich kann ein elektromagnetischer Antrieb (s. Figur 3) vorgesehen sein.

In Figur 1a befindet sich die Verschlusseinrichtung (2) in der Verriegelungsstellung. Die Reinigungs-  
 5 nadel (25) füllt dann die Kapillare (11) aus und sorgt so dafür, dass deren Geometrie erhalten bleibt. Die Dichtung (26) hat die Aufgabe, für den Verschluss der Kapillare (11) auf der Kammerinnenseite zu sorgen, um so ein Eindringen von Waschlauge (3) in die Kapillare (11) sicher zu verhindern. Für den nötigen Anpressdruck sorgt die Feder (28). Figur 1b zeigt die Messstellung. Die Betätigung der Verschlusseinrichtung (2) erfolgt per Unterdruck in der  
 10 rechten Kammerhälfte. Dieser wirkt an der Membran (22), welche die Reinigungsnadel (25) aus der Kapillare (11) heraus zieht. Dabei gibt die Dichtung (26) die kegelförmige Fläche (15) der Sacklochbohrung (13) frei. In dieser Stellung kann Luft aus der Kammer (1) durch die  
 Kanäle (14) geführt und dann weiter durch die Kapillare (11) geführt werden, so dass in der Waschlauge (3) Blasen erzeugt werden.

15 Die Funktion des Gesamtsystems ist in Figur 2 dargestellt:

Eine offene Zuleitung (201) steht mit der Umgebungsluft in Verbindung, wobei ein Filter (202) eventuelle Verunreinigungen aus der Luft entfernt. Nach dem Filter (202) verzweigt sich die Zuleitung (201) in drei Leitungen (203, 204, 205), in denen jeweils eine Drossel (206, 207, 208) angeordnet ist. Nach der Drossel (206) zweigt von der Leitung (203) eine Leitung (214) ab, an  
 20 deren Ende ein Drucksensor (4) angeschlossen ist. In der mittleren Leitung (204) ist der Drossel (207) eine Pumpe (209) vorgeschaltet, deren Saugseite der Öffnung der Zuleitung (201) und deren Druckseite der Drossel (207) zugeordnet ist. Die beiden Leitungen (203) und (204) werden in die linke Seite (211) der Kammer geführt. Die rechte Leitung (205) mündet in die  
 rechte Seite (212) der Kammer (1). Vor der Mündung zweigt eine Leitung (213) ab, in der eine  
 25 weitere Pumpe (210) angeordnet ist. Diese Pumpe (210) steht saugseitig mit der Kammerseite (212) in Verbindung. Mit der Pumpe (209) werden die Blasen erzeugt. In der Leitung (203) zwischen der Pumpe (209) und der Drossel (207) wird ein Überdruck erzeugt, mit dem die Kapillare (11) versorgt wird. Die Pumpe (210) dient dazu, die Verschlusseinrichtung (2) zu bewegen und damit die Kapillare freizugeben. Beide Pumpen (209, 210) werden durch eine  
 30 Steuereinrichtung (nicht dargestellt) mit Strom versorgt, welche in Verbindung mit der Auswerteschaltung (nicht dargestellt) zur zeitabhängigen Auswertung des Druckverlaufs steht. Steuereinrichtung und Auswerteschaltung können in der Mikroprozessor-Steuerung (nicht dargestellt) der Waschmaschine integriert sein.

Der Ablauf ist wie folgt:

35 Zunächst wird die Pumpe (209) eingeschaltet. Damit wird ein Überdruck erzeugt, der sich auch über die Drossel (207) auf die Membran (22) der Verschlusseinrichtung (2) überträgt. Dadurch

entsteht ein „flatterndes“ Öffnen mit Blasenaustritt. Eine Messung ist in diesem Stadium aber nicht möglich, da der hohe Druck, der für die Membranbetätigung nötig ist aufgebaut werden muss und erfasst wird. Der Druck der Blase kommt nicht am Drucksensor (4) an. Nun wird zusätzlich die Pumpe (210) eingeschaltet. Dadurch wird auf der Rückseite der Membran (22) in der rechten Kammerhälfte (212) ein Unterdruck erzeugt, so dass die Verschlusseinrichtung (2) durch diesen Unterdruck aus der Kapillare (11) herausgezogen wird und auch herausgezogen bleibt. Nun wird die Pumpe (209) ausgeschaltet und die Messung über den Drucksensor (4) beginnend mit der höchsten Startblasenfrequenz (z.B. 20 Hz) in den Messbereich hinein (10 Hz ... 1 Hz) durchgeführt. Bei Unterschreiten der minimalen Blasenfrequenz von 1 Hz wird die Pumpe (209) wieder eingeschaltet, um ein Eindringen von Waschlauge (3) sicher zu verhindern, da über die Drossel (206) eine Belüftung nach außen vorhanden ist. Dann wird die Pumpe (210) ausgeschaltet, so dass sich der Unterdruck in der rechten Kammerhälfte (212) über die Drossel (208) zur Umgebung hin abbaut und die Verschlusseinrichtung (2) in die Kapillare (11) bewegt. Nach dem Schließen der Kapillare (11) wird auch die Pumpe (209) abgeschaltet und durch die Belüftung über die Drossel (206) stellt sich nach und nach wieder der Umgebungsdruck am Drucksensor (4) ein.

Figur 3 zeigt ein System, bei dem die Bewegung der Verschlusseinrichtung (2) durch einen Elektromagneten erfolgt. Wie bei der vorangegangenen Variante wird die Kapillaröffnung durch einen Stößel (23) mit Reinigungsnadel (25) und Dichtung (26) gereinigt und abgedichtet. Auch hier steht eine Leitung (301) über einen zwischengeschalteten Filter (304) mit der Umgebungsluft in Verbindung. In der Leitung (301) ist eine Pumpe (307) angeordnet, deren Saugseite der Öffnung der Leitung und deren Druckseite einer nachgeschalteten Drossel (305) zugeordnet ist. Nach der Drossel (305) zweigt von der Leitung (301) eine Leitung (302) ab, welche durch den Drucksensor (4) abgeschlossen wird. Parallel zur Pumpe (307) ist über eine Leitung (303) eine Drossel (306) geschaltet. Die Leitung (301) mündet in die Kammer.

Der Ablauf ist wie folgt:

Die Pumpe (307) saugt über den Filter (304) Luft an und komprimiert diese in dem Teil der Leitung (301) zwischen Pumpe (307) und Drossel (305). Über die Drossel (305) wird dieser hohe Druck in die Kammer (1) und damit in den Bereich der Kapillare (11) übertragen und ist am Drucksensor (4) messbar. Nun wird durch eine Bestromung der Magnetspule (308) des Elektromagneten über die Steuereinrichtung (nicht dargestellt) die Verschlusseinrichtung (2) aus der Kapillare (11) herausgezogen. Dabei wird zunächst ein Teil des Überdrucks im Bereich zwischen Drossel (305) und Kapillare (11) abgebaut, indem die komprimierte Luft durch die Kapillare (11) in die Waschlauge (3) entweicht. Während dieses Vorgangs entstehen kurzfristig sehr viele Blasen in der Waschlauge (3). Nun beginnt die eigentliche Messung. Die Pumpe (307) wird ausgeschaltet und der Druck, der zwischen der Pumpe (307) und der Drossel (305) herrscht, wird nach und nach geringer. Dementsprechend werden die verschiedenen

Blasenfrequenzen für die Messung mit dem Drucksensor (4) durchgeführt (beginnend mit der höchsten Blasenfrequenz). Nach Unterschreiten der geringsten Blasenfrequenz von 1 Hz wird die Magnetspule (308) wieder stromlos gesetzt, so dass die Verschlusseinrichtung (2) die Kapillare (11) wieder verschließt. Durch die Drosseln (305) und (306) stellt sich nun nach und nach wieder der Umgebungsdruck am Drucksensor (4) ein.

Figur 4 zeigt ein System, bei dem sowohl die Druckluftzufuhr zur Kapillare (11) als auch die Betätigung der Verschlusseinrichtung (2) mit einer einzigen Pumpe (407) realisiert wird. Hierzu ist die Verschlusseinrichtung (2) an zwei Membranen (401, 402) aufgehängt, die die Kammer (1) in drei Kammerteile (403, 404, 405) aufteilen. Jedes Kammerteil (403, 404, 405) besitzt eine Zuleitung, die Leitung zum rechten Kammerteil (405) steht direkt mit der Umgebungsluft in Verbindung. Das einzige aktive Teil dieses Systems ist die Pumpe (407), die für die Luftkompression zur Blasenbildung sowie für alle Steueraufgaben eingesetzt wird. Die Pumpe (407) saugt Luft durch den Filter an (der Filter ist wegen der besseren Übersichtlichkeit wie 3 Filter 408, 409, 410 dargestellt). Diese wird durch das Ventil (411) in den Leitungsabschnitt zwischen Ventil (411), Ventil (412) und Drossel (414) gedrückt. Von hier aus gelangt sie weiter durch die Drossel (414) in den linken Kammerbereich (403). Dort entweicht die Luft ohne Widerstand durch das geöffnete Ventil (413). Parallel baut sich über das Ventil (412) ein Überdruck auf, der in den mittleren Kammerbereich (404) gelangt. Sobald ein bestimmter Druck (z.B. 30 mbar) in diesem Bereich überschritten ist, schließt das Ventil (413). Steigt der Druck weiter (z.B. über 80 mbar), so wird die Verschlusseinrichtung (2) aus der Kapillare (11) herausgezogen. Damit der Druck im Bereich der Kapillare (11) dabei für die Betätigung der Verschlusseinrichtung (2) eine möglichst geringe Rolle spielt, ist die Wirkfläche der im Bild rechts eingezeichneten Membrane (401) wesentlich größer als die Wirkfläche der links eingezeichneten Membrane (402). Nachdem das Ventil (413) schließt, steigt der Druck im linken Kammerbereich (403) an und sobald die Verschlusseinrichtung (2) geöffnet wird, treten Blasen aus der Kapillare (11) aus.

Danach bleibt die Pumpe (407) noch für eine Weile eingeschaltet, damit der Druck im Bereich des mittleren Kammerbereichs (404) noch weiter bis ca. 200 mbar ansteigt. Dann wird die Pumpe (407) ausgeschaltet.

Nun sind 2 Volumina zu betrachten, die als Druckspeicher dienen: Zum einen das Volumen zwischen dem Ventil (411), dem Ventil (412) und der Drossel (414), das als Luftspeicher für die Blasenenerzeugung dient (im Folgenden „Kompressionsvolumen für die Blasenenerzeugung“ genannt) und zum anderen das Volumen zwischen Ventil (412), Drossel (415), Ventil (413) und Kammerteil (404), das den Druck für die Betätigungen der verschiedenen Elemente aufnimmt (im Folgenden „Betätigungsvolumen“ genannt). Aus den beiden Volumen entweicht nun jeweils Luft. Die Luft aus dem Kompressionsvolumen entweicht über die Drossel (414) und dient



für die Blasenerzeugung. Parallel entweicht Luft vom Betätigungsvolumen durch die Drossel (415) in die Umgebung (über Filter 410). Die Auslegung des Systems muss so dimensioniert sein, dass die Drossel (415) der Luft einen höheren Widerstand entgegensetzt als die Drossel (414). Damit fällt der Druck im Kompressionsvolumen für die Blasenerzeugung schneller als  
 5 im Betätigungsvolumen.

So wird erreicht, dass während des fallenden Drucks im Kompressionsvolumen für die Blasen-  
 erzeugung die verschiedenen Blasenfrequenzen für die Messung erzeugt werden (beginnend  
 mit der höchsten). Parallel baut sich der Druck im Betätigungsvolumen ab, nur geschieht das  
 langsamer. Die Drossel (415) ist so ausgelegt, dass erst nach Unterschreiten der geringsten  
 10 Blasenfrequenz der Druck im Betätigungsvolumen so weit abgesunken ist, dass die Verschluss-  
 einrichtung (2) wieder die Kapillare (11) verschließt. Fällt der Druck weiter, so wird auch das  
 Ventil (413) wieder geöffnet, wodurch wieder der Umgebungsdruck am Drucksensor (4) anliegt.

Figur 5 zeigt als Detail eine Kapillareinheit, bei der sowohl die Kapillare als auch die Verschluss-  
 einrichtung aus keramischen Scheiben (501, 502) hergestellt wird. Die Figur zeigt den schema-  
 15 tischen Aufbau im Schnitt. Die beiden Scheiben (501, 502) besitzen den gleichen Durchmesser  
 und sind übereinander angeordnet. Die Kapillaröffnung (503) ist als Bohrung in der ersten  
 Scheibe (501) angeordnet und wird auf der Kammerseite (506) durch eine Sacklochboh-  
 rung (504) mit größerem Durchmesser erweitert. Die zweite Scheibe (502) ist mit einer Öff-  
 nung (505) versehen, die durch Drehung der Scheibe vor die Kapillaröffnung (503) platzierbar  
 20 ist und dann die Öffnung freigibt. In die Sacklochbohrung (504) ist von der Kammerseite (506)  
 her ein Reinigungselement (507) einführbar, welches der Geometrie der Kapillaröffnung samt  
 Erweiterung entspricht. Die zweite Scheibe (502) und das Reinigungselement (507) können  
 elektromotorisch oder durch einen anderen geeigneten Antrieb, beispielsweise elektromagne-  
 tisch, durch einen Piezoaktuator oder ein Memorymetall (nicht dargestellt) bewegt werden. In  
 25 der Messstellung befindet sich die Kapillaröffnung (503) im Bereich der Öffnung (505) der  
 zweiten Scheibe (502) und tritt damit in Kontakt mit der Waschlauge (3), während sie in der  
 Verriegelungsstellung durch den ungelochten Bereich der zweiten Scheibe (502) verdeckt wird  
 und deshalb nicht mit der Waschlauge (3) in Kontakt kommt. Die Abdichtung erfolgt dabei durch  
 die exakt plane Oberfläche der beiden keramischen Scheiben (501, 502).

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung der Oberflächenspannung einer in einem Behälter befindlichen Lösung (3), insbesondere einer Tensidlösung, nach der Blasendruckmethode, mit einer Kapillare (11, 503) zur Einleitung eines gasförmigen Volumenstroms in die Lösung (3) und einem Drucksensor (4) zur Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs dieses Volumenstroms während der Blasenbildung,
 

dadurch gekennzeichnet,

dass zum Ende des Bestimmungsverfahrens der Volumenstrom dadurch unterbrochen wird,

dass die Kapillare (11, 503) wenigstens auf einem Teil ihrer Länge über ihren gesamten Querschnitt verschlossen wird.
2. System zur Durchführung eines Verfahrens zur Bestimmung der Oberflächenspannung einer in einem Behälter befindlichen Lösung (3), insbesondere einer Tensidlösung, nach der Blasendruckmethode, mit einer Kapillare (11, 503) zur Einleitung eines gasförmigen Volumenstroms in die Lösung (3) und einem Drucksensor (4) zur Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs dieses Volumenstroms während der Blasenbildung,
 

gekennzeichnet durch eine Verschlusseinrichtung (2, 502) für die Kapillare (11, 503), welche von einer Messstellung in eine Verriegelungsstellung bewegbar ist, wobei in der Verriegelungsstellung die Kapillare (11, 503) gegenüber der Lösung (3) flüssigkeitsdicht verschlossen ist.
3. System nach Anspruch 2, wobei die Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs des Volumenstroms durch eine Auswerteschaltung erfolgt,
 

gekennzeichnet durch eine Steuereinrichtung zur Betätigung der Verschlusseinrichtung (2, 502), welche in Verbindung mit der Auswerteschaltung steht.
4. System nach einem der Ansprüche 2 oder 3,
 

dadurch gekennzeichnet,

dass die Länge der Kapillare (11) höchstens so groß wie ihr Durchmesser ist.
5. System nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 4,
 

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kapillare (11) eine erste Mündung besitzt, die zur Lösung (3) hin gerichtet ist und eine zweite Mündung, die in eine Kammer (1) mündet, und dass die Verschlusseinrichtung (2) eine Reinigungsnadel (25) besitzt, welche vom Kammerinneren her in die Kapillare (11) fahrbar ist.

6. System nach Anspruch 5,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Reinigungsnadel (25) von einer Dichtung (26) umgeben ist, welche in der  
5 Verriegelungsstellung der Verschlusseinrichtung (2) an der Wand (15) der Kammer (1)  
anliegt, in welche die Kapillare (11) mündet.
7. System nach mindestens einem der Ansprüche 4 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Verschlusseinrichtung (2) pneumatisch bewegbar ist.
- 10 8. System nach mindestens einem der Ansprüche 4 oder 5,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die Verschlusseinrichtung (2) elektromagnetisch bewegbar ist.
9. System nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 4,  
dadurch gekennzeichnet,  
15 dass die Kapillare (503) als in einer ersten Keramikscheibe (501) angeordnete Bohrung  
ausgebildet ist und dass die Verschlusseinrichtung eine zweite Keramikscheibe (502) mit  
einer Öffnung (505) beinhaltet, wobei die Öffnung (505) in der Messstellung der Verschluss-  
einrichtung (502) vor die Kapillare (503) verfahrbar ist.
10. System nach Anspruch 9,  
20 dadurch gekennzeichnet,  
dass die zweite Keramikscheibe (502) auf der zur Lösung (3) gerichteten Seite der  
Kapillare (503) angeordnet ist.
11. System nach Anspruch 10,  
gekennzeichnet durch ein in die der Lösung gegenüberliegende Öffnung der Kapillare (503)  
25 einführbares Reinigungselement (507).
12. System nach mindestens einem der Ansprüche 10 oder 11,  
dadurch gekennzeichnet,  
dass die zweite Keramikscheibe (502) und oder das Reinigungselement (507) elektromoto-  
risch, elektromagnetisch, durch einen Piezoaktuator oder ein Memorymetall bewegbar sind.

## Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Oberflächenspannung einer in einem Behälter befindlichen Lösung (3), insbesondere einer Tensidlösung, nach der Blasendruckmethode, mit einer Kapillare (11) zur Einleitung eines gasförmigen Volumenstroms in die Lösung (3) und einem Drucksensor (4) zur Ermittlung des zeitabhängigen Druckverlaufs dieses Volumenstroms während der Blasenbildung und ein System zur Durchführung eines solchen Verfahrens. Um eine Verschmutzung der Kapillare sicher und mit geringem Aufwand zu verhindern, wird zum Ende des Bestimmungsverfahrens der Volumenstrom dadurch unterbrochen, dass die Kapillare (11) wenigstens auf einem Teil ihrer Länge über ihren gesamten Querschnitt verschlossen wird. Hierzu dient eine Verschlusseinrichtung (2) für die Kapillare (11), welche von einer Messstellung in eine Verriegelungsstellung bewegbar ist, wobei in der Verriegelungsstellung die Kapillare (11) gegenüber der Lösung (3) flüssigkeitsdicht verschlossen ist.

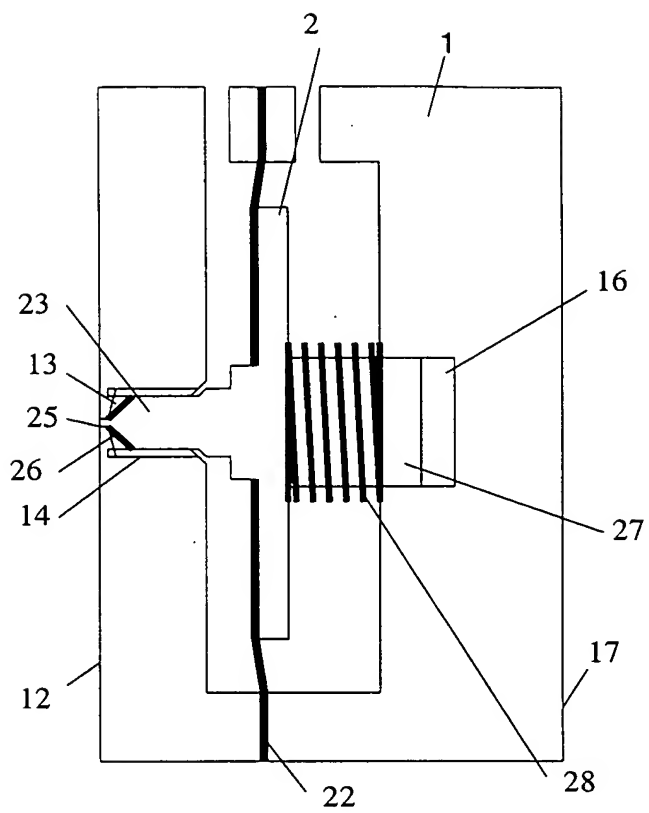


Fig. 1a

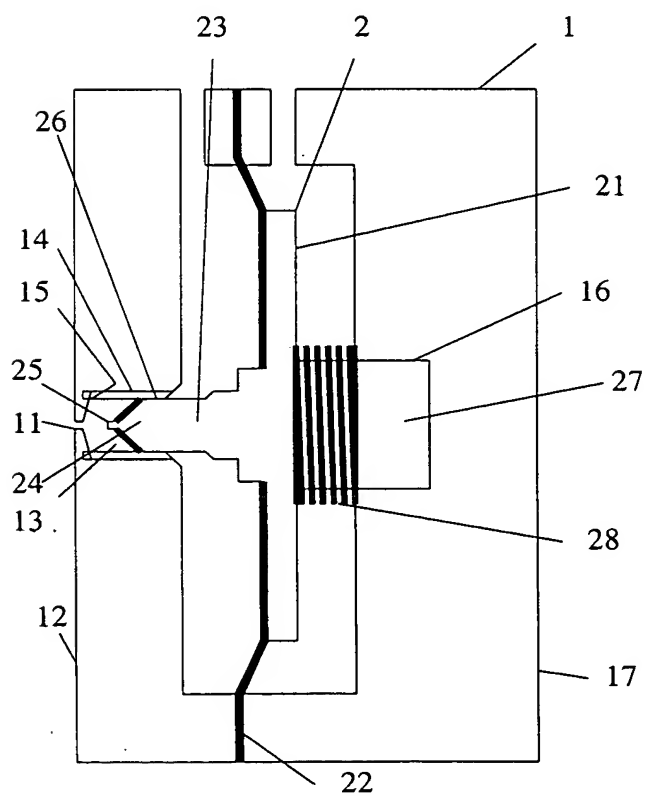


Fig. 1b

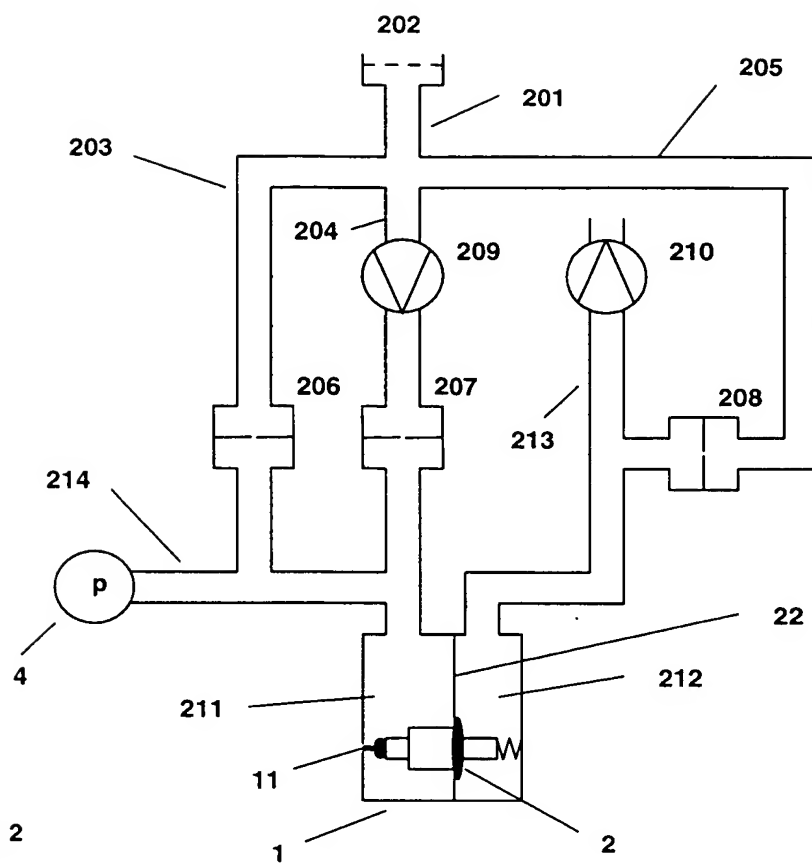


Fig. 2

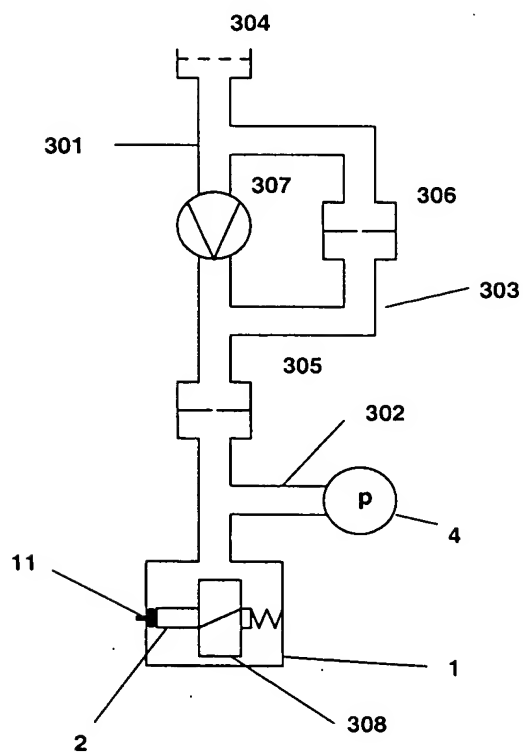


Fig. 3

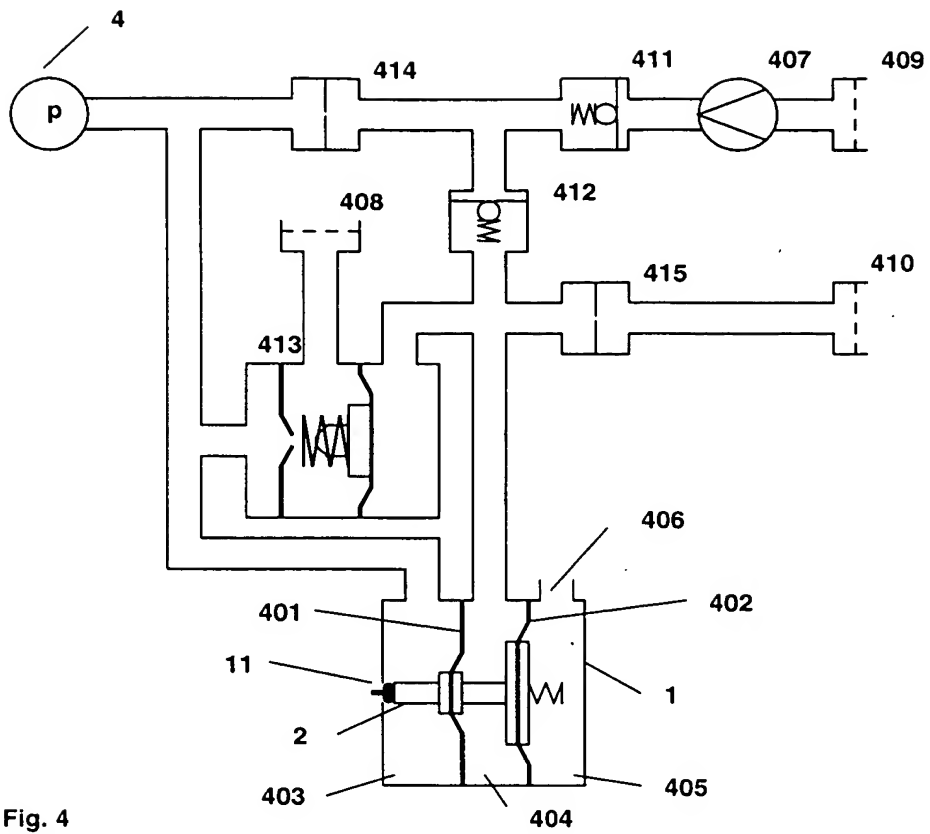


Fig. 4

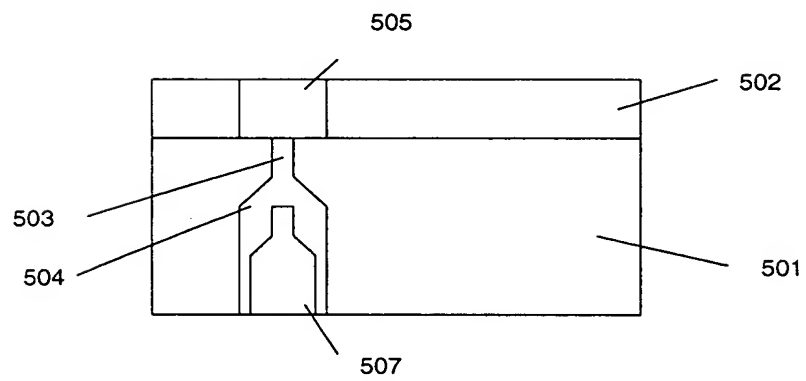


Fig. 5